



**COMPARAISON DES SYSTÈMES
D'EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES
AVEC UNE RÉFÉRENCE PARTICULIÈRE AUX
LIQUIDES IONIQUES (IL)**



UNIVERSITÀ DI PISA

**LUISA PISTELLI
UNIVERSITA' DI PISA- ITALY**

EXTRACTION TECHNIQUES FOR PLANT MATERIAL

TRADITIONAL METHODS

- Soxhlet
- Maceration; digestion
- Infusion, decoction
- Percolation
- Sonication ultrasound extraction (>20 kHz)
- Turbo-extraction turbine



Procédé long

Nécessite des quantités importantes de solvants

NEW TECHNIQUES

- extraction fluid supercritique (SFE)
- Extraction par micro-onde (MAE)
- extraction solide pressurisé (PSE)



Méthodes rapides

Adaptées aux solides



EO extraction

Les étapes pour l'obtention et la caractérisation des HE extraites de plantes ou d'épices sont:

1. l'extraction
2. l'analyse

Le protocole standard pour les huiles essentielles commence par une extraction, pour laquelle différentes techniques sont employées :

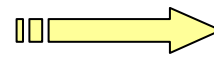
- distillation vapeur (Clevenger or Dering apparatus),
- distillation-extraction simultanée (Likens- Nickerson system),
- Distillation sous-vide, etc.

EO extraction

Il y a plusieurs modes d'extraction différents des huiles essentielles :

- Enfleurage

- Pression (*Citrus* spp.)



- Distillation à la vapeur

Hydrodistillation
hydro/vapeur Distillation
vapeur

- Extraction par solvant

- Distillation fractionnée et percolation

- Extraction fluide supercritique (CO₂)

- Procédés phytoniques





De nouvelles techniques améliorent beaucoup la qualité des huiles essentielles

- fluides supercritiques (CO_2), et/ou
- Diminution du temps d'extraction

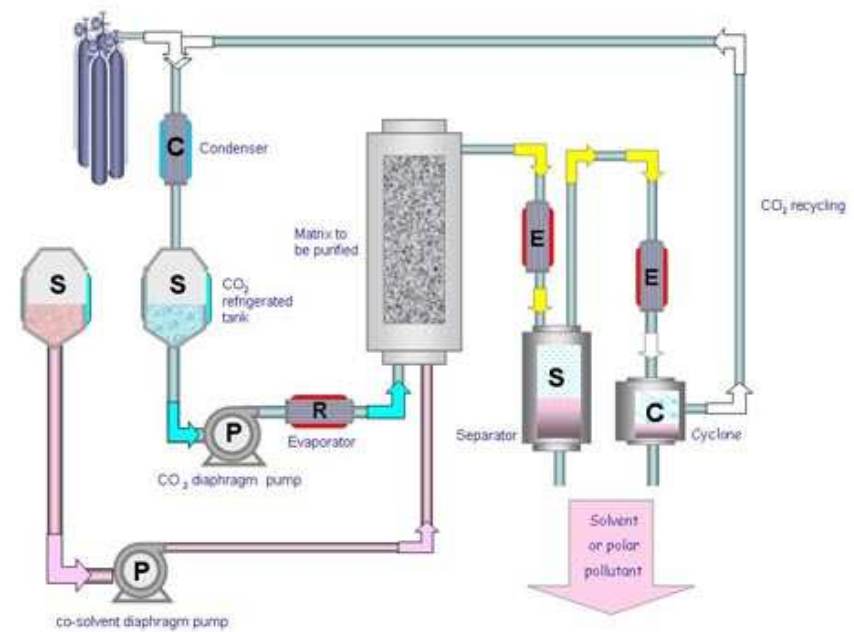
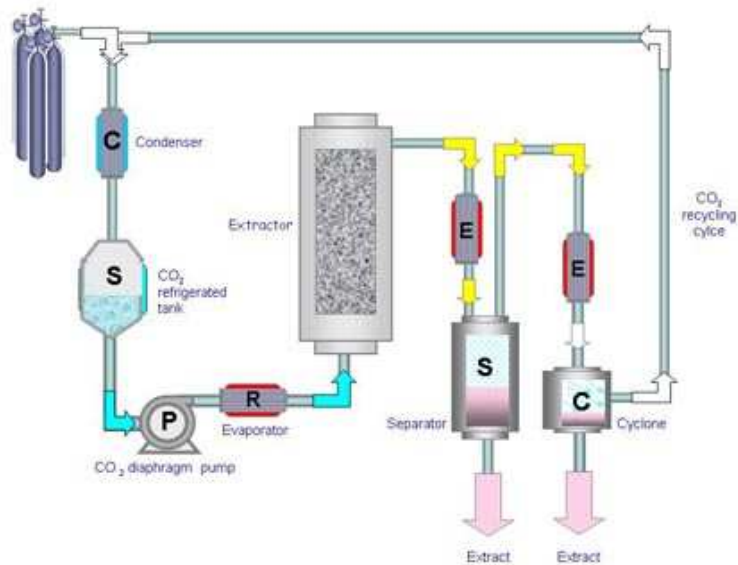
(l'usage de la distillation micro-onde qui génère de la vapeur d'eau peut réduire le temps d'extraction de l'huile essentielle de romarin de 60min à 10min).

Ces nouvelles techniques ont été développées mais ne sont pas encore largement utilisées dans la production des huiles essentielles .

Elles peuvent être intéressantes dans certaines conditions,

- production d'huiles essentielles couteuses par voie naturelle sans alteration des composants thermosensibles
- Extraction des huiles essentielles pour micro analyse

SUPERCritical FLUID EXTRACTION (SFE)



CO-SOLVENT



simultaneous distillation extraction (SDE)

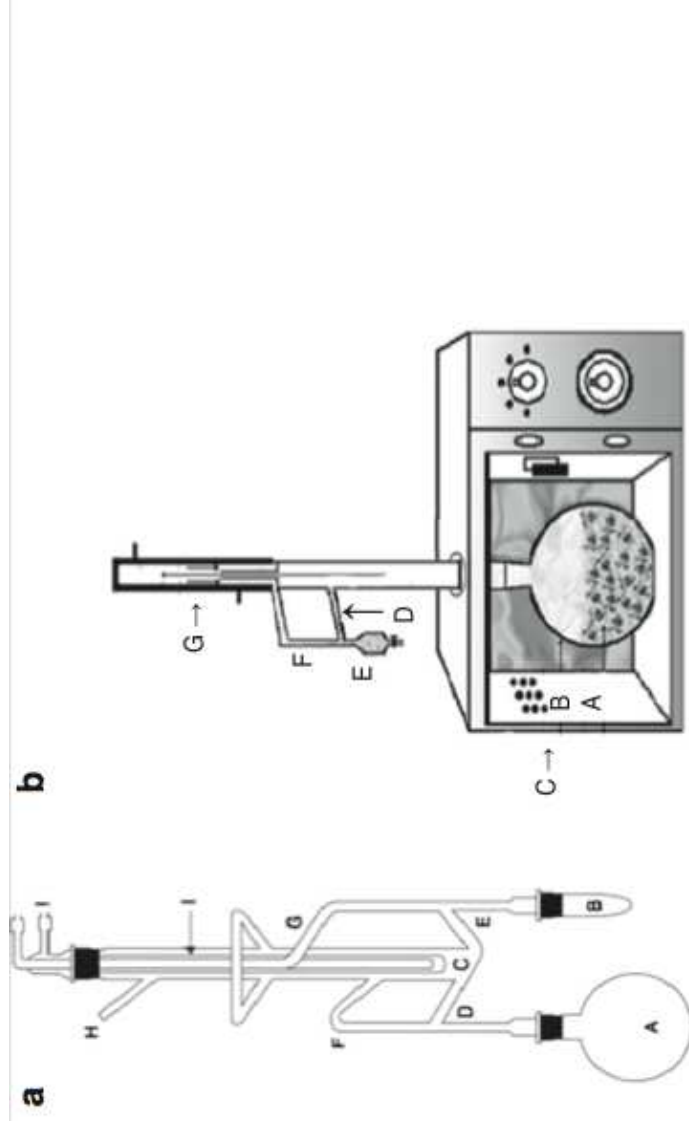


Figure 1. (a) *Simultaneous distillation extraction (SDE)* (from [12], reprinted with permission): sample A and solvent B flasks are heated to their boiling points. Their vapors are mixed in the separation tube (I). The organic and water liquid phases return to their original flasks through the return tube for water (D) and the return tube for solvent (E), while volatiles are gradually transferred from the water (F) to the organic phase (G). The water and the organic solvents, which are never in contact during the whole process, are constantly reutilized for the same sample matrix, reducing the liquid consumption. An inlet/vent (H) allows work under atmospheric pressure. (b) *Micro-wave-assisted hydrodistillation (MAHD)* (from [14], reprinted with permission). Plant material (A) is placed in a sample flask containing water (B), which is introduced in an oven (C). Water (E) flows through a water-reflux tubing (D) and vapor condenses in a condenser (G). The collected essential oil (F) is finally decanted from the condensate.

micro-wave-assisted hydrodistillation (MAHD)

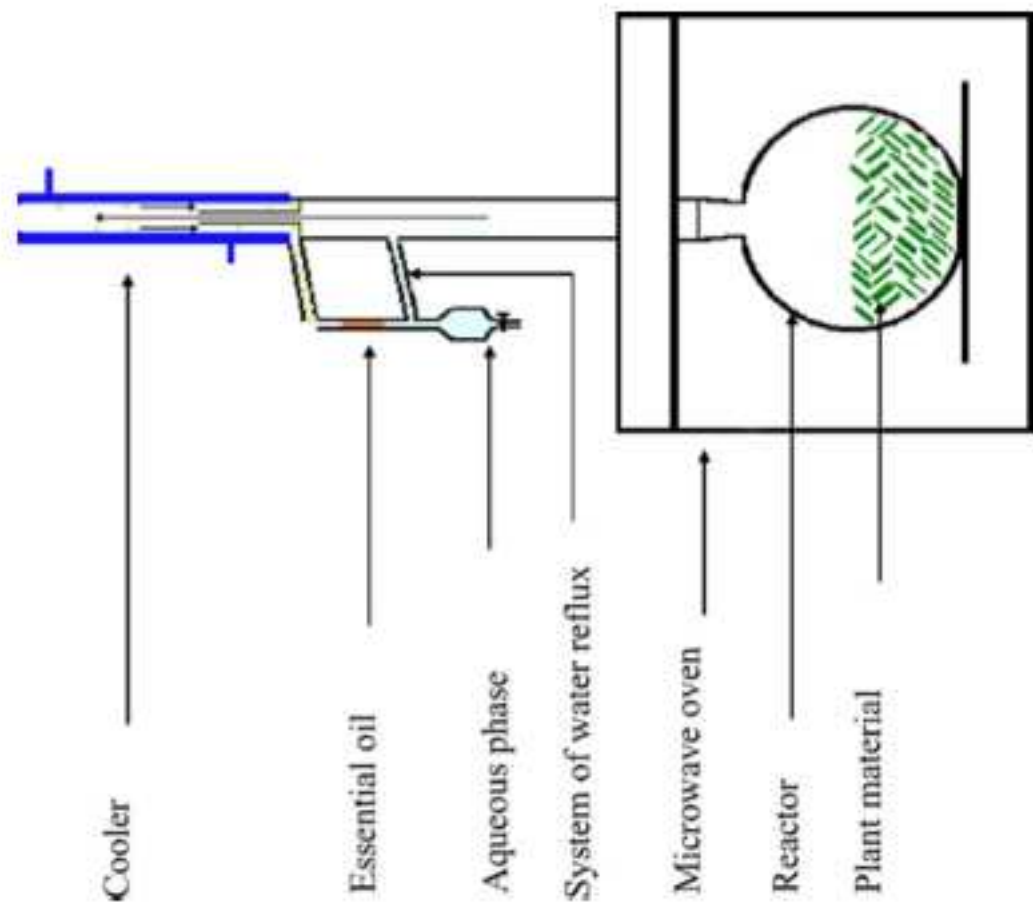


Fig. 1. SFME system.



MODIFICATION OF YIELD AND COMPOSITION OF ESSENTIAL OILS BY DISTILLATION TIME

La diminution du temps de distillation pour les huiles essentielles les plus importantes sur le plan économique permet aux producteurs d'augmenter leur production, d'améliorer la composition des huiles essentielles et de diminuer les couts énergétiques.

Des expériences ont été réalisées pour déterminer l'évolution du rendement et de la composition des huiles essentielles de menthe poivrée et de citronnelle, en fonction de la durée de distillation à la vapeur.

Le rendement maximal en HE de menthe poivrée et de citronnelle est atteint au bout de 20 minutes. L'augmentation du temps de distillation n'a pas permis d'augmenter le rendement en HE.

Pour la citronnelle, après une distillation de 240 min, le rendement obtenu a diminué de 25 – 40%, comparé au rendements obtenus à 20 – 160 min.



MODIFICATION OF YIELD AND COMPOSITION OF ESSENTIAL OILS BY DISTILLATION TIME

Cette étude a montré que la durée de distillation est un outil intéressant pour obtenir une composition souhaitée d'HE de menthe et de citronnelle.

Cette étude a aussi montré que la durée optimale pour obtenir un rendement maximum est souvent plus courte que celle pratiquée par les producteurs et chercheurs.

Cette étude a enfin montré qu'il faut tenir compte de la durée de distillation lorsque l'on compare des données sur la composition des huiles essentielles.

Industrial Crops and Products 41 (2013) 214–220



IONIC LIQUIDS (ILs)

- Les liquides ioniques sont des sels à bas point de fusion entièrement composés d'ions.
- On définit comme liquide ionique tout sel dont le point de fusion est inférieur à 100°C.
- Plus de 200 liquides ioniques à température ambiante sont connus et un nombre croissant d'entre eux est désormais commercialisé.
- Les principaux liquides ioniques à température ambiante sont :
alkylammonium, tetraalkylammonium, tetraalkylphosphonium,
1,3-dialkylimidazolium, and N-alkylpyridinium sels
- Formés avec des anions peu nucléophiles comme bis(trifluorométhylsulfonyl)imide, hexafluorophosphate, tétrafluoroborate, perfluoroalkylsulfonate, etc.

IONIC LIQUIDS (ILs)

Les liquides ioniques sont généralement des sels liquides à température ambiante.

Certains liquides ioniques ont de bonnes propriétés de dissolution de la lignine et de la cellulose.

Ils sont miscibles dans l'eau et ont une faible pression vapeur. Ils sont des additifs parfaits pour l'hydrodistillation.

Pour éviter la présence de résidus toxiques dans le produit fini, il est important de vérifier que le liquide ionique ne contient pas de polluant organique volatil issu des procédés d'obtention.

Faibles coûts et facilité d'obtention sont des paramètres clés pour l'obtention de liquides ioniques prometteurs.



IONIC LIQUID EXTRACTION (ILE)



- Les liquides ioniques peuvent remplacer les solvants pour une large gamme d'applications .
- Ils sont pour la plupart non toxiques ou faiblement toxiques.
- Ils peuvent être synthétisés pour obtenir des applications spécifiques.
- Les liquides ioniques peuvent dissoudre beaucoup de composés organiques ou inorganiques, insolubles dans l'eau ou dans des solvants organiques.
- Exemples : inclus la cellulose et d'autres composants ayant une activité pharmacologique

Le procédé traditionnel d'hydrodistillation nécessite dans un premier temps une macération des plantes dans l'eau à température ambiante. Le mélange est ensuite chauffé pendant suffisamment de temps pour extraire l'huile essentielle.

Parfois un additif ionique est ajouté. Il s'agit souvent de NaCl qui permet d'augmenter la force ionique de l'eau et donc d'obtenir un meilleur rendement en huile essentielle.



Conclusions

Cette étude a permis d'obtenir des valeurs d'huiles essentielles supérieures de 5 à 22% par rapport à l'hydrodistillation : l'utilisation d'une petite quantité de liquides ioniques a permis de diminuer les coûts et d'améliorer la rentabilité économique, surtout pour les huiles essentielles coûteuses. La large gamme de liquides ioniques permet de trouver les meilleurs additifs sur le plan chimique et environnemental, pour chaque plante.



MERCI

LUISA.PISTELLI@FARM.UNIPI.IT